

PENGARUH UNSUR PEMADU Fe DAN PERLAKUAN PANAS PADA MIKROSTRUKTUR DAN SIFAT MEKANIK ZIRCALOY-4 Sn RENDAH (ELS)

Sugondo

Pusat Teknologi Bahan Bakar Nuklir – BATAN, Serpong

ABSTRAK

PENGARUH UNSUR PEMADU Fe DAN PERLAKUAN PANAS PADA MIKROSTRUKTUR DAN SIFAT MEKANIK ZIRCALOY-4 Sn RENDAH.

Penelitian Zircaloy-4 Sn rendah (ELS) dengan variasi unsur pemadu (0,5;0,75;1,0)% Fe dilakukan untuk mendapatkan bahan kelongsong tahan terhadap derajat bakar tinggi. Perlakuan meliputi *quenching* dalam air dari temperatur 1050 °C dan anil pada temperatur 400, 500, 600 dan 700 °C selama 4 jam. Analisis sampel dilakukan dengan metalografi dimana mikrostruktur diamati dengan mikroskop optik, dan ukuran butir ditentukan dengan metode lamelar. Uji kekerasan dilakukan dengan Vickers Hardness Number (VHN). Hasil yang diperoleh adalah sebagai berikut. Mikrostruktur Zircaloy-4 Sn rendah dengan kadar Fe antara 0,5 sampai 1,0% termasuk tipe lamelar dengan ukuran butir paling kecil 0,043 mm untuk paduan 1% Fe hasil pemanasan 500 °C selama 4 jam dan paling besar 0,0749 mm pada paduan 0,75% Fe hasil pemanasan 400 °C selama 4 jam. Kekerasan paling besar ialah 205,6 VHN pada sampel 0,5% Fe hasil *quenching* dan paling kecil sebesar 150,8 VHN pada sampel 1,0% Fe hasil pemanasan 700 °C selama 4 jam. Kekuatan luluh paling besar ialah 45.228 psi pada sampel 0,5% Fe hasil *quenching* dan paling kecil sebesar 33.176 psi pada sampel 1,0% Fe hasil pemanasan 700 °C selama 4 jam. Kekuatan tarik paling besar ialah 63.731 psi pada sampel 0,5% Fe hasil *quenching* dan paling kecil sebesar 46.749 psi pada sampel 1,0% Fe hasil pemanasan 700 °C selama 4 jam. Pengerasan dan penguatan tidak hanya dikendalikan oleh butir tetapi juga oleh presipitat, baik untuk pengerasan dan penguatan melalui pemanasan pada temperatur 500 °C maupun untuk pelunakan melalui pemanasan pada temperatur 700 °C.

KATA KUNCI: Zircaloy-4, Perlakuan panas, Mikrostruktur, Sifat mekanik, Metalografi, Kekerasan mikro

ABSTRACT

EFFECTS OF ALLOYING ELEMENT Fe AND HEAT TREATMENT ON THE MICROSTRUCTURE AND MECHANICAL PROPERTIES OF ZIRCALOY-4 LOW Sn (ELS). Study on Zircaloy-4 low Sn (ELS) with variation of alloying element (0.5,0.75,1.0)% Fe has been performed to obtain cladding materials which is resistant to high burnup. The treatment included quenching in water from temperature of 1050 °C, and annealing at temperatures of 400, 500, 600 and 700 °C for 4 hours. The samples were analyzed using metallography, in which the microstructure was revealed with optical microscope and grain sizes were determined using lamellar method. The hardness was examined by Vickers Hardness Number (VHN). The results were as follows. The microstructure of the extra low Sn Zircaloy-4 with Fe concentration from 0.5% to 1.0% was of the lamellar type, in which the smallest size was 0.043 mm for 1.0% Fe sample annealed at 500 °C for 4 hours, and the largest was 0.0749 mm for 0.75% Fe sample annealed at 400 °C for 4 hours. The largest hardness was 205.6 VHN for 0.5% Fe sample undergoing quenching and the smallest was 150.8 VHN for 1.0% Fe sample annealed at

700 °C for 4 hours. The highest yield point was 45,228 psi for 0.5% Fe sample undergoing quenching, and the smallest was 33,176 psi for 1.0% Fe sample annealed at 700 °C for 4 hours. The highest tensile strength was 63,731 psi for 0.5% Fe sample undergoing quenching, and the smallest was 46,749 psi for 1.0% Fe sample annealed at 700 °C for 4 hours. The hardening and strengthening were not only controlled by the grains but also by the precipitates, both for hardening and strengthening through heat treatment at 500 °C and for softening through heat treatment at 700 °C.

FREE TERMS: Zircaloy-4, Heat treatment, Microstructure, Mechanical properties, Metallography, Micro hardness

I. PENDAHULUAN

Derajat bakar elemen bakar reaktor daya ingin ditingkatkan menjadi 70 GWd/t^[1]. Peningkatan ini dimaksudkan untuk efisiensi daya, pengurangan limbah dan pengurangan biaya daur bahan bakar. Efisiensi daya dapat dicapai melalui peningkatan derajat bakar. Kesulitan peningkatan derajat bakar terletak pada kelongsong sehingga diperlukan pengembangan bahan kelongsong baru. Salah satu bahan kelongsong tersebut adalah paduan Zircaloy-4 Sn rendah (*Extra Lows Sn (ELS) Zircaloy-4*)^[2]. Pada makalah tersebut paduan ini telah diuji coba iradiasi dengan derajat bakar 50 GWd/kgU. Pada derajat bakar tersebut Zircaloy-4 sudah mengalami degradasi dan pada derajat bakar 40 GWd/kgU Zircaloy-4 secara relatif mempunyai laju korosi dengan skala 1,2 dan ELS mempunyai skala 0,2^[3].

Pada penelitian ini akan dikorelasikan pengaruh Fe dalam paduan Zircaloy-4 Sn rendah dan perlakuan panas terhadap mikrostruktur dan sifat mekanik.

II. TEORI

2.1 Paduan dan Perlakuan Panas

Zircaloy-4 standar mempunyai komposisi utama Zr–(1,20–1,70)%Sn–(0,12–0,18)%Fe–(0,05–0,15)%Cr–(maks.0,007)%Ni. Zircaloy-4 Sn rendah (ELS) yang akan diteliti mempunyai komposisi utama Zr–(0,50–0,85)%Sn–(0,5;0,75;1,0)%Fe–(0,025–0,075)%Cr–(maks.0,0035)%Ni^[4].

Pengaruh unsur paduan Fe ialah untuk meningkatkan ketahanan korosi dan kekuatan mekanik. Semakin tinggi kadar Fe, semakin besar kekuatan tarik^[5]. Untuk pelarutan dan homogenisasi pemadu digunakan metode pendinginan cepat. Kelarutan unsur pemadu dalam fasa-β zirkonium besar. Unsur pemadu dalam ingot zirkaloi kemungkinan tidak homogen. Untuk melarutkan unsur pemadu dan homogenisasi, ingot dipanaskan pada temperatur fasa-β zirkonium, yaitu pada temperatur antara 1000 – 1050 °C yang diikuti pendinginan cepat (*quenching*)^[6].

Pembentukan fasa-α zirkonium dan fasa-β zirkonium erat hubungannya dengan perlakuan panas. Jika paduan zirkonium didinginkan dari temperatur fasa-β zirkonium hingga temperatur di bawah 980 °C maka fasa-α zirkonium terbentuk di dalam fasa-β zirkonium. Penurunan temperatur yang cepat (*quenching*) mengakibatkan fasa-α zirkonium yang terbentuk menghasilkan mikrostruktur berbentuk jarum yang disebut struktur Widmanstatten. Pada mikrostruktur, fasa-α zirkonium tampak terang dan fasa-β zirkonium tampak gelap^[6].

Pembentukan mikrostruktur melalui anil didasarkan pada diagram *Time Thermal Transformation* (TTT Diagram)^[5]. Dekomposisi fasa-β zirkonium ke fasa-α zirkonium dilakukan dengan anil (*annealing*). Pada pemanasan 400 °C terjadi transformasi dari fasa-β

zirkonium ke supersaturasi fasa- α zirkonium. Pada temperatur 500 °C daerah supersaturasi fasa- α zirkonium dekat dengan daerah kesetimbangan. Pada pemanasan 600 °C di daerah dekat supersaturasi dan pada 700 °C di daerah dekat akhir pembentukan fasa- α zirkonium, terjadi transformasi fasa- β zirkonium menjadi fasa- α zirkonium dan fasa kedua yaitu presipitasi. Mikrostruktur yang dihasilkan tergantung pada komposisi dan laju pendinginan. Pada anil laju pendinginan antara 25 – 260 °C/jam. Dekomposisi *eutectoid* zirkaloi yang mengandung pemadu Fe cukup tinggi kemungkinan besar menghasilkan mikrostruktur koloni lamelar^[7]. Besi, kromium dan nikel mengalami dekomposisi dari fasa- β *eutectoid* zirkonium menjadi fasa- α *eutectoid* zirkonium. Pada konsentrasi normal, unsur paduan tersebut larut sempurna dalam fasa- β zirkonium. Temperatur pelarutannya pada interval temperatur 835 – 845 °C yaitu pada daerah bagian atas fasa-(α + β). Dalam fasa- α zirkonium unsur paduan kelarutannya rendah, untuk unsur besi kelarutannya 120 ppm dan untuk kelarutan unsur kromium 200 ppm. Dalam zirkaloi unsur besi mensubstitusi unsur logam transisi dan membentuk senyawa intermetalik $Zr_2(Ni,Fe)$ dan $Zr(Cr,Fe)_2$. Rasio Fe/Cr menentukan struktur kristal intermetalik tersebut, yaitu hcp atau fcc. Struktur fcc terbentuk jika rasio Fe/Cr lebih kecil dari 0,1 dan lebih besar dari 0,9, dan hcp diantaranya. Intermetalik $Zr_2(Ni,Fe)$ membentuk struktur bcc yang disebut fasa *Zintl*^[8].

2.2 Mikrostruktur: Pengukuran Ukuran Butir Mikrostruktur Lamelar

Mikrostruktur lamelar sifatnya unik atau tipikal, menyerupai permukaan yang terorientasi. Ukuran terkecil jarak lamelar disebut interlamelar (S_0) yang didefinisikan sebagai jarak tegak lurus sepasang lamelar (*true spacing*). Jarak lamelar sulit ditentukan secara langsung, sehingga penentuannya menggunakan jarak rerata acak (σ) dan dirumuskan sebagai berikut^[9].

$$\sigma = 1/N_L \quad (1)$$

dimana N_L = jumlah titik potong persatuan panjang (1/mm),
sehingga *true spacing*:

$$S_0 = \sigma/2 \quad (2)$$

2.3 Sifat Mekanik: Kekerasan, Kekuatan Tarik dan Kekuatan Luluh

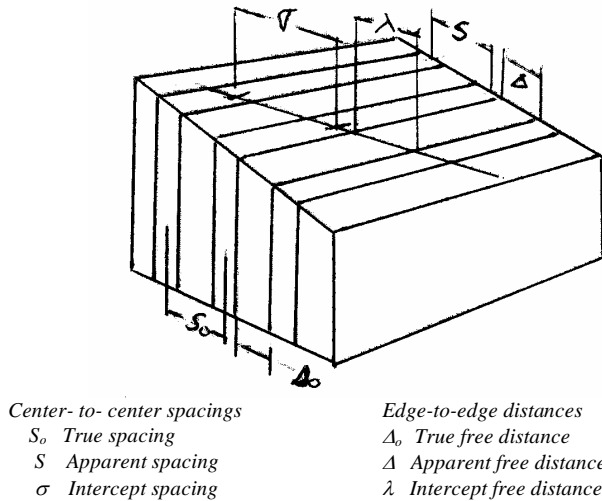
Uji kekerasan dilakukan dengan metode kekerasan mikro yaitu *Vickers Hardness Number* (VHN), juga disebut *Diamond Pyramid Hardness* (DPH). Metode ini digunakan mengingat sampel kecil dan jumlahnya sedikit. Pengukuran kekerasan sangat efektif untuk perkiraan kekuatan bahan. Korelasi kekuatan mekanik dan kekerasan untuk paduan berbasis zirkaloi adalah sebagai berikut^[10].

$$\text{Vickers Hardness Number (VHN)} = \text{DPH} = \{2 P \sin(\theta/2)\} / (D^2) \quad (3)$$

$$\text{Kekuatan luluh (0,2\% offset), lb/in}^{-2} = 220 \times \text{VHN (kg/mm)} \quad (4)$$

$$\text{Kekuatan tarik (lb/in}^2\text{)} = 310 \times \text{VHN (kg/mm}^2\text{)} \quad (5)$$

dimana P = beban (kgf)
D = diagonal jejak rerata (μm)
 θ = sudut piramid penjejak, 136°.



Gambar 1. Geometri perhitungan ukuran butir bentuk lamelar^[9]

Kekerasan dipengaruhi oleh unsur pepadu yang membentuk fasa kedua hasil reaksi antara unsur matrik dengan unsur pepadu. Fasa kedua dapat membentuk inklusi atau presipitat. Pengaruh oksigen, nitrogen, dan karbon terhadap kekerasan sangat signifikan sehingga atmosfer harus dikondisi dengan argon. Mikrostruktur juga berpengaruh pada kekerasan, dengan parameter yang berpengaruh antara lain ukuran butir, bentuk butir, orientasi butir dan adanya fasa kedua yaitu inklusi dan presipitat. Karakteristik ukuran butir dapat dibentuk dengan perlakuan panas, perlakuan mekanik, kombinasi dari mekanik dan panas, jenis paduan dan komposisi paduan. Korelasi ukuran butir (d_g) dengan kekuatan mekanik (δ_g) ditunjukkan pada persamaan (6)^[11].

$$\delta_g = k_g d_g^{-1/2} \quad (6)$$

dimana k_g = faktor empiris penguatan ukuran butir.

Korelasi ukuran presipitat (d_s) dengan kekuatan mekanik (δ_s) ditunjukkan persamaan (7)^[11].

$$\delta_s = k_s d_s^{-1/2} \quad (7)$$

dimana k_s = faktor empiris penguatan ukuran presipitat.

III. TATA KERJA

3.1 Bahan

Bahan yang digunakan meliputi serbuk Zr, Sn, Fe, dan Cr; gas argon; kertas gerinda grit 180, 500, 800 dan 1200; etanol 95%; aseton; serbuk *acryfic* dan larutan buatan Struers; pasta alumina (Al_2O_3) 1 μm dari Struers; asam nitrat 70%; dan asam fluorida 48%.

3.2 Alat

Peralatan yang digunakan adalah timbangan analitik, *ball mills* buatan Retsch, mesin pencuci ultrasonik tipe *metason* 120 dari Struers, tungku perlakuan panas (maksimum 1 280 °C)

tipe N41/H, mesin potong Accutom buatan Struers dengan pisau potong berlapis intan, mesin gerinda/poles DAP-U dari Struers, mikroskop optik Nikon Ehipot, alat uji kekerasan tipe *Leitz Micro Hardness Tester*, dan peralatan gelas seperti beaker.

3.3 Cara Kerja

Paduan Zircaloy-4 Sn rendah (ELS) variasi (0,5;0,75;1,0)% Fe disintesa dengan tungku busur tunggal. Komposisi unsur utama paduan adalah $\text{Zr}-0,5\%\text{Sn}-0,04\%\text{Cr}- (0,5;0,75;1,0)\%\text{Fe}$. Selanjutnya sampel dipanaskan pada temperatur 1 050 °C selama 0,5 jam, diikuti *quenching* dari temperatur 1 050 °C dengan cara dimasukkan ke dalam air dingin. Kemudian sampel dianil pada temperatur 400, 500, 600 dan 700 °C selama 4 jam. Pengambilan mikrostruktur dilakukan dengan mikroskop optik. Sampel digerinda, dipoles dan dietsa dengan larutan campuran 45 mL H_2O , 45 mL 70% HNO_3 , dan 10 mL 48% HF. Uji kekerasan dilakukan dengan metode kekerasan mikro yaitu *Vickers Hardness Number* (VHN).

IV. HASIL DAN PEMBAHASAN

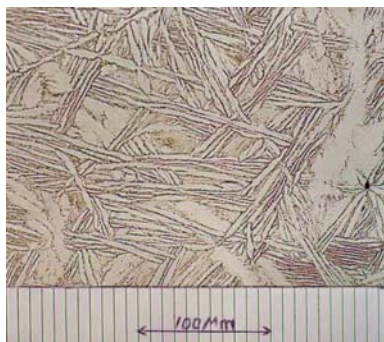
4.1 Metalografi

4.1.1 Mikrostruktur

Mikrostruktur Zircaloy-4 Sn rendah dengan kadar (0,5;0,75;1,0)% Fe yang berupa ingot, hasil *quenching* dan anil, mempunyai struktur lamelar. Mikrostruktur Zircaloy-4 Sn rendah dengan kadar 1,0% Fe dapat dilihat pada Gambar 2 sampai Gambar 7. Mikrostruktur Zircaloy-4 Sn rendah dengan kadar Fe 0,5% dan 0,75% mempunyai pola struktur yang sama. Seperti diuraikan di teori, koloni lamelar berasal dari tidak sempurnanya dekomposisi fasa- β zirkonium dalam sistem *eutectoid* menjadi fasa- α zirkonium. Secara prinsip reaksi dasar dekomposisi adalah sebagai berikut.



Senyawa ZrM adalah senyawa intermetalik, dimana untuk unsur paduan Fe dan Cr mengikuti rumus senyawa ZrM_2 yaitu ZrFe_2 dan ZrCr_2 . Fasa- α zirkonium dalam mikrostruktur tampak terang dan fasa- β zirkonium dan senyawa intermetalik tampak gelap. Pembahasan mikrostruktur secara kuantitatif dapat ditinjau dari ukuran butir.



Gambar 2. ELS 1,0% Fe, ingot, 400×



Gambar 3. ELS 1,0% Fe, *quenching*, 400×



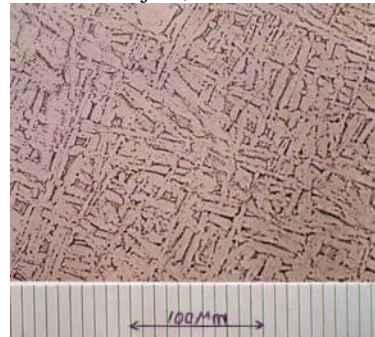
Gambar 4. ELS 1,0% Fe, anil 400 °C,
4 jam, 400×



Gambar 5. ELS 1,0% Fe, anil 500 °C,
4 jam, 400×



Gambar 6. ELS 1,0% Fe, anil 600 °C,
4 jam, 400×



Gambar 7. ELS 1,0% Fe, anil 700 °C,
4 jam, 400×

4.1.2 Ukuran Butir

Pengukuran butir dilakukan menggunakan metode lamelar, persamaan (1) dan persamaan (2). Selanjutnya dibuat distribusi ukuran butir. Jika kondisi pemanasannya yaitu waktu, temperatur dan siklus serta etsa sesuai maka diperoleh ukuran butir yang sistematis, artinya batas butir tampak dengan jelas. Dengan demikian diperoleh distribusi ukuran butir yang mendekati distribusi normal. Oleh karena itu analisis ukuran butir didasarkan pada distribusi normal (*Fungsi Gauss/Gaussian Function*). Berdasarkan distribusi normal maka frekuensi paling banyak merupakan harga rerata (\bar{x}). Simpangan baku diberi simbol (δ). Jika interval ukuran butir ditentukan pada tingkat kepercayaan 90% maka interval ukuran butir adalah antara $(\bar{x}-3\delta)$ sampai $(\bar{x}+3\delta)$. Ukuran butir rerata yang disertai simpangan baku pada tingkat kepercayaan 90% dapat dilihat Tabel 1. Berdasarkan Tabel 1 dibuat kurva kadar Fe versus ukuran butir yang ditunjukkan pada Gambar 8.

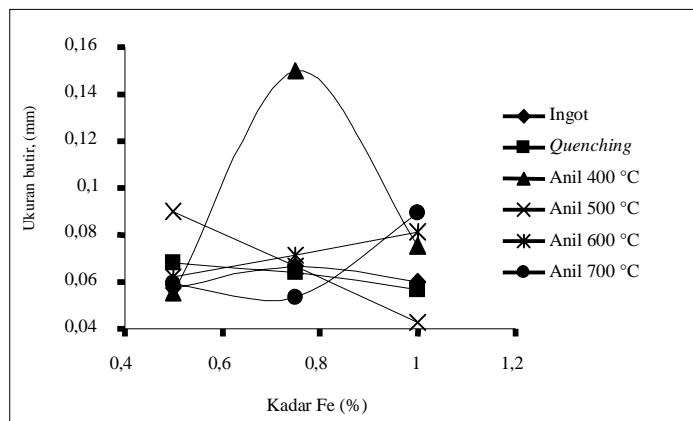
Tabel 1. Kadar Fe (%) versus ukuran butir (mm) paduan Zircaloy-4 Sn rendah

Kadar Fe (%)	Ukuran butir (mm)					
	Ingot	Quenching	Anil			
			400 °C	500 °C	600 °C	700 °C
0,5	0,0575 ± 0,0015	0,0681 ± 0,0063	0,0556 ± 0,0031	0,0899 ± 0,0013	0,0622 ± 0,0044	0,0591 ± 0,0020
0,75	0,067 ± 0,0015	0,064 ± 0,0055	0,1499 ± 0,0079	0,0669 ± 0,0035	0,0715 ± 0,0066	0,0532 ± 0,0029
1,0	0,0603 ± 0,0097	0,0564 ± 0,0025	0,0753 ± 0,0013	0,043 ± 0,0101	0,0815 ± 0,0056	0,0892 ± 0,0055

Ukuran butir paduan dengan kadar 0,5% Fe. Diperoleh ukuran butir terkecil dari hasil anil pada temperatur 400 °C sebesar 0,0556 mm dan ukuran butir terbesar hasil anil pada temperatur 500 °C sebesar 0,0899 mm. Dengan demikian, maka untuk pertumbuhan butir pada paduan yang mengandung 0,5% Fe yang baik adalah hasil pemanasan pada temperatur 500 °C, dan untuk penghalusan butir pada temperatur 400 °C.

Ukuran butir paduan dengan kadar 0,75% Fe. Diperoleh ukuran butir terkecil dari hasil anil pada temperatur 700 °C sebesar 0,0532 mm dan ukuran butir terbesar hasil anil pada temperatur 400 °C sebesar 0,1499 mm. Dengan demikian, maka untuk pertumbuhan butir pada paduan yang mengandung 0,75% Fe yang baik adalah hasil pemanasan pada temperatur 400 °C, dan untuk penghalusan butir pada temperatur 700 °C.

Ukuran butir paduan dengan kadar 1,0% Fe. Diperoleh ukuran butir terkecil dari hasil anil pada temperatur 500 °C sebesar 0,043 mm dan ukuran butir terbesar hasil anil pada temperatur 700 °C sebesar 0,0892 mm. Dengan demikian, maka untuk pertumbuhan butir pada paduan yang mengandung 1,0% Fe yang baik adalah hasil pemanasan pada temperatur 700 °C, dan untuk penghalusan butir pada temperatur 500 °C.



Gambar 8. Kadar Fe (%) versus ukuran butir (mm) paduan Zircaloy-4 Sn rendah

Untuk sampel yang dianil pada temperatur 500 °C, ukuran butir turun dengan naiknya kadar Fe yang kemungkinan besar terjadi pembentukan presipitat. Sehingga, dengan bertambahnya kadar Fe presipitat yang terbentuk semakin banyak dan mengakibatkan koloni lamelar semakin halus. Sebaliknya pada temperatur 600 °C, ukuran butir naik dengan bertambahnya kadar Fe. Dengan demikian meningkatnya kadar Fe memacu pertumbuhan butir dan mengakibatkan semakin kasar koloni lamelar.

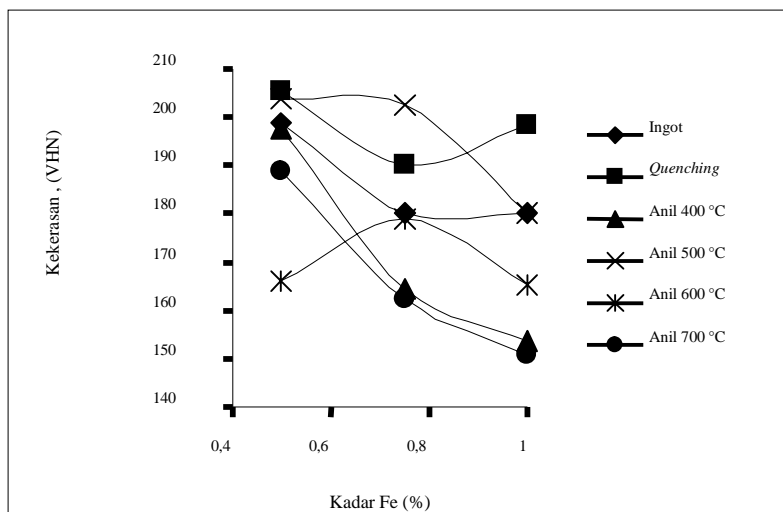
4.2 Sifat Mekanik

4.2.1 Kekerasan

Kekerasan dipengaruhi oleh jenis dan kadar padu seperti terlihat pada Tabel 2 dan Gambar 9.

Tabel 2. Kadar Fe (%) versus kekerasan (kg/mm^2 , VHN) paduan Zircaloy-4 Sn rendah

Kadar Fe (%)	Kekerasan (kg/mm^2 , VHN)					
	Ingot	Quenching	Anil			
			400 °C	500 °C	600 °C	700 °C
0,5	198,9	205,6	197,6	203,8	166,2	188,9
0,75	180,0	190,1	164,3	202,6	178,8	162,3
1,0	180,0	198,6	153,7	180	165,2	150,8



Gambar 9. Kadar Fe (%) versus kekerasan (kg/mm^2 , VHN) paduan Zircaloy-4 Sn rendah

Kekerasan paduan dengan kadar 0,5% Fe. Diperoleh kekerasan terendah dari hasil anil pada temperatur 600 °C sebesar 166,2 VHN (kg/mm^2) dan kekerasan tertinggi diperoleh dari *quenching* sebesar 205,6 VHN (kg/mm^2). Dengan demikian, maka untuk pengerasan pada

paduan yang mengandung 0,5% Fe yang baik adalah hasil *quenching* dalam air dari temperatur 1050 °C, dan untuk pelunakan yang baik adalah hasil pemanasan pada temperatur 600 °C.

Kekerasan paduan dengan kadar 0,75% Fe. Diperoleh kekerasan terendah dari hasil anil pada temperatur 700 °C sebesar 162,3 VHN (kg/mm²) dan kekerasan tertinggi diperoleh dari hasil anil pada temperatur 500 °C sebesar 202,6 VHN (kg/mm²). Dengan demikian, maka untuk pengerasan pada paduan yang mengandung 0,75% Fe yang baik adalah hasil pemanasan pada temperatur 500 °C, dan untuk pelunakan yang baik adalah hasil pemanasan pada temperatur 700 °C.

Kekerasan paduan dengan kadar 1,0% Fe. Diperoleh kekerasan terendah dari hasil anil pada temperatur 700 °C sebesar 150,8 VHN (kg/mm²) dan kekerasan tertinggi diperoleh dari hasil *quenching* sebesar 198,6 VHN (kg/mm²). Dengan demikian, maka untuk pengerasan pada paduan yang mengandung 1,0% Fe yang baik adalah hasil *quenching* dalam air dari temperatur 1050 °C, dan untuk pelunakan yang baik adalah hasil pemanasan pada temperatur 700 °C.

4.2.2 Kekuatan Luluh

Kekuatan luluh dikonversi dari harga kekerasan yang dihitung dari persamaan (4) dan hasilnya ditabulasikan pada Tabel 3.

Kekuatan luluh paduan dengan kadar 0,5% Fe. Diperoleh kekuatan luluh terendah dari hasil anil pada temperatur 600 °C sebesar 36.570 psi dan kekuatan luluh tertinggi diperoleh dari *quenching* sebesar 45.228 psi. Dengan demikian, maka untuk penguatan pada paduan yang mengandung 0,5% Fe yang baik adalah hasil *quenching* dalam air dari temperatur 1050 °C, dan untuk pelunakan yang baik adalah hasil pemanasan pada temperatur 600 °C.

Kekuatan luluh paduan dengan kadar 0,75% Fe. Diperoleh kekuatan luluh terendah dari hasil anil pada temperatur 700 °C sebesar 35.710 psi dan kekuatan luluh tertinggi diperoleh dari hasil anil pada temperatur 500 °C sebesar 44.566 psi. Dengan demikian, maka untuk penguatan pada paduan yang mengandung 0,75% Fe yang baik adalah hasil pemanasan pada temperatur 500 °C, dan untuk pelunakan yang baik adalah hasil pemanasan pada temperatur 700 °C.

Kekuatan luluh paduan dengan kadar 1,0% Fe. Diperoleh kekuatan luluh terendah dari hasil anil pada temperatur 700 °C sebesar 33.176 psi dan kekuatan luluh tertinggi diperoleh dari hasil *quenching* sebesar 43.696 psi. Dengan demikian, maka untuk penguatan pada paduan yang mengandung 1,0% Fe yang baik adalah hasil *quenching* dalam air dari temperatur 1050 °C, dan untuk pelunakan yang baik adalah hasil pemanasan pada temperatur 700 °C.

Tabel 3. Kadar Fe (%) versus kekuatan luluh (psi) paduan Zircaloy-4 Sn rendah

Kadar Fe (%)	Kekuatan luluh (psi, $\times 10^3$)					
	Ingot	Quenching	Anil			
			400 °C	500 °C	600 °C	700 °C
0,5	43,759	45,228	43,474	44,829	36,570	41,553
0,75	39,592	41,820	36,136	44,566	39,347	35,710
1,0	39,592	43,696	33,816	39,592	36,352	33,176

4.2.3 Kekuatan Tarik

Kekuatan tarik dikonversi dari harga kekerasan yang dapat dihitung dari persamaan (5) dan hasilnya ditabulasikan pada Tabel 4.

Kekuatan tarik paduan dengan kadar 0,5% Fe. Diperoleh kekuatan tarik terendah dari hasil anil pada temperatur 600 °C sebesar 51.531 psi dan kekuatan tarik tertinggi diperoleh dari *quenching* sebesar 63.731 psi. Dengan demikian, maka untuk penguatan pada paduan yang mengandung 0,5% Fe yang baik adalah hasil *quenching* dalam air dari temperatur 1050 °C, dan untuk pelunakan yang baik adalah hasil pemanasan pada temperatur 600 °C.

Kekuatan tarik paduan dengan kadar 0,75% Fe. Diperoleh kekuatan tarik terendah dari hasil anil pada temperatur 700 °C sebesar 50.318 psi dan kekuatan tarik tertinggi diperoleh dari hasil anil pada temperatur 500 °C sebesar 62.798 psi. Dengan demikian, maka untuk penguatan pada paduan yang mengandung 0,75% Fe yang baik adalah dipanaskan pada temperatur 500 °C, dan untuk pelunakan yang baik adalah hasil pemanasan pada temperatur 700 °C.

Kekuatan tarik paduan dengan kadar 1,0% Fe. Diperoleh kekuatan tarik terendah dari hasil anil pada temperatur 700 °C sebesar 46.749 psi dan kekuatan tarik tertinggi diperoleh dari hasil *quenching* sebesar 61.571 psi. Dengan demikian, maka untuk penguatan pada paduan yang mengandung 1,0% Fe yang baik adalah hasil *quenching* dalam air dari temperatur 1050 °C, dan untuk pelunakan yang baik adalah hasil pemanasan pada temperatur 700 °C.

Tabel 4. Kadar Fe (%) versus kekuatan tarik (psi) paduan Zircaloy-4 Sn rendah

Kadar Fe (%)	Kekuatan tarik (psi, $\times 10^3$)					
	Ingot	Quenching	Anil			
			400 °C	500 °C	600 °C	700 °C
0,5	61,661	63,731	61,259	63,169	51,531	58,552
0,75	55,789	58,928	50,919	62,798	55,443	50,318
1,0	55,789	61,571	47,650	55,789	51,223	46,749

4.3 Korelasi Ukuran Butir dan Sifat Mekanik

Jika dibandingkan antara Gambar 8 dengan Gambar 9 maka diperoleh fakta yang tidak sesuai dengan persamaan (3). Seharusnya dengan bertambah besar ukuran butir maka kekerasan menurun. Hukum ini hanya dipenuhi dari hasil anil pada temperatur 700 °C. Artinya

pelarutan dan pertumbuhan butir berjalan sempurna pada anil 700 °C. Dengan demikian penambahan Fe mengakibatkan ukuran butir dan presipitat bertambah besar. Jadi persamaan (3) dan persamaan (4) terpenuhi.

Hal sebaliknya terjadi dari hasil anil pada temperatur 500 °C, bahwa kekerasan berbanding lurus dengan ukuran butir, yang seharusnya berbanding terbalik. Dengan demikian pengerasan bahan dikendalikan oleh presipitat. Penambahan kadar Fe mengakibatkan pertambahan jumlah inti presipitat dan ukuran presipitat menjadi lebih halus. Jadi secara implisit kekerasan dikendalikan oleh persamaan (4). Hal serupa terjadi dari anil pada temperatur 400 °C, dimana ukuran butir terbesar pada kadar 0,75% Fe tetapi harga kekerasan menurun dengan penambahan kadar Fe.

V. KESIMPULAN

1. Mikrostruktur Zircaloy-4 Sn rendah (ELS) dengan kadar Fe antara 0,5% sampai 0,75% termasuk tipe lamelar dengan ukuran butir paling kecil 0,043 mm untuk paduan 1,0% Fe hasil pemanasan 500 °C selama 4 jam dan paling besar 0,074 mm pada paduan 0,75% Fe hasil pemanasan 400 °C selama 4 jam.
2. Kekerasan paling besar ialah 205,6 VHN pada sampel 0,5% Fe hasil *quenching* dan paling kecil 150,8 VHN pada sampel 1,0% Fe hasil pemanasan 700 °C selama 4 jam.
3. Kekuatan luluh paling besar ialah 45.228 psi pada sampel 0,5% Fe hasil *quenching* dan paling kecil 33.176 psi pada 1,0% Fe hasil pemanasan 700 °C selama 4 jam.
4. Kekuatan tarik paling besar ialah 63.731 psi pada sampel 0,5% Fe hasil *quenching* dan paling kecil 46.749 psi pada sampel 1,0% Fe hasil pemanasan 700 °C selama 4 jam.
5. Pengerasan dan penguatan tidak hanya dikendalikan oleh butir tetapi juga dikendalikan oleh presipitat, baik untuk pengerasan dan penguatan melalui pemanasan pada temperatur 500 °C dan untuk pelunakan melalui pemanasan pada temperatur 700 °C.

VI. UCAPAN TERIMA KASIH

Kami mengucapkan terima kasih kepada Yatno Agus Dwi Susanto yang telah membantu peleburan, Djoko Kisworo dan Mugiyono yang telah membantu perlakuan panas, Slamet Pribadi yang telah membantu metalografi, dan Hadijaya yang telah membantu uji kekerasan.

VII. PUSTAKA

1. HARBOTTLE, J.E., and STASSER, A.A., "Towards Failure-Free Fuel", Fuel Review 1994, Nuclear Engineering International, 1994, pp.28-30.
2. MARDON, J.P., et. al., "Development of New Zirconium Alloys for PWR Fuel Rod Cladding", Proceedings 1994 International Topical Meeting on Light Water Reactor Fuel Performance, Florida, April 17-21, 1994, p.643.
3. SABOL, G.P., KILP, G.R., BALFOUR, M.G., and ROBERT, E., "Development of a Cladding Alloy for High Burnup", in Zirconium in Nuclear Industry: 8th Int. Symp., ASTM, STP 1023, PA., 1989, pp.227-244.
4. MANZEL, R., COQUERELLE, M., and BILLAUX, M.R., "Fuel Rod Behaviour at Extended Burnup", Proceedings 1994 International Topical Meeting on Light Water Reactor Fuel Performance, Florida, April 17-21, 1994, pp.335-342.
5. PEMSLER, J.P., Cladding Material, Academic Press, London, 1963, p.204.
6. FIZZOTI, C., "Principles of Nuclear Fuel Production", Vol. 2, Specialized Training Course for BATAN's Personnel, ENEA/BATAN, 1984, pp.42-47.

-
7. REED-HILL, R.E., Physical Metallurgy Principle, 2nd ed., Wadsward, California, 1973, p.101.
 8. CHARQUED, D., HAHN, R., ORTLIEB, E., GROS, J.P., and WADIER, J.F., “Solubility Limits and Formation of Intermetallic Precipitates in Zr-Sn-Fe-Cr Alloys”, Zirconium in the Nuclear Industry: 8th Int. Symp., ASTM-STP-1023, in VAN SWAN, L.F.P., and GARDE, A.M., Eds., American Society for Testing and Materials, W.Conshohoken, Pennsylvania, 1989, pp.405-442.
 9. MILLS, K., et. al., Metalography and Microstructures, Vol. 9, 9th ed., ASM Handbook, USA, 1992, pp.128-129.
 10. CHUBB, W., MUEHLENKAMP, G.T., SHOBER, F.R., and SCHWOPE, A.D., “Mechanical Properties of Zirconium and Its Alloys”, in LUSTMAN, B., and KERZE, F.J.R., The Metallurgy of Zirconium, 1st ed., McGraw-Hill, New York, 1955, pp.490-552.
 11. REED-HILL, R.E., Physical Metallurgy Principle, 2nd ed., Wadsward, California, 1973, p.229.